

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 3月22日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-081044

出 願 人

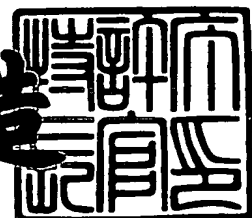
Applicant (s):

ティーディーケイ株式会社

2000年12月15日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2000-3105401

【書類名】 特許願

【整理番号】 01463

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C30B 29/28
C30B 19/00

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都中央区日本橋一丁目 1 3 番 1 号 ティーディーケ
 イ株式会社内

 【氏名】 大井戸 敦

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都中央区日本橋一丁目 1 3 番 1 号 ティーディーケ
 イ株式会社内

 【氏名】 山沢 和人

【特許出願人】

 【識別番号】 000003067

 【氏名又は名称】 ティーディーケイ株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100101214

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 森岡 正樹

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 047762

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

 【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁性ガーネット単結晶膜及びその製造方法、及びそれを用いたファラデー回転子

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

膜成長方向に向かって格子定数が一定、または徐々に減少し、次いで増加するように成膜されていること

を特徴とする磁性ガーネット単結晶膜。

【請求項 2】

B i 置換磁性ガーネット単結晶を液相エピタキシャル成長法を用いて育成する磁性ガーネット単結晶膜の製造方法であって、

単結晶膜の成長と共に前記磁性ガーネット単結晶の格子定数を一定、または徐々に減少させ、次いで前記単結晶膜の成長と共に前記格子定数を増加させることを特徴とする磁性ガーネット単結晶膜の製造方法。

【請求項 3】

液相エピタキシャル成長法により育成した磁性ガーネット単結晶膜で作製されるファラデー回転子であって、

前記磁性ガーネット単結晶膜の光入射面の格子定数 A と、光射出表面の格子定数 B と、前記光入射面及び前記光射出面からほぼ等距離にある前記磁性ガーネット単結晶膜の格子定数 C との間に、

$$(A + B) / 2 > C$$

の関係が成立すること

を特徴とするファラデー回転子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、磁性ガーネット単結晶膜（B i （ビスマス）置換希土類鉄ガーネット単結晶膜）及びその製造方法、及びそれを用いたファラデー回転子に関する。

【0002】

【従来の技術】

光アイソレータや光サーキュレータ等のファラデー回転子に使用されるBi置換磁性ガーネット単結晶膜は、液相エピタキシャル法による育成時やファラデー回転子として研磨加工する際に割れ易いため、ファラデー回転子作製の歩留まりが非常に低いという問題を有している。それに対し、例えば特開平4-139093号公報（以下、文献1という）に開示されている方法では、液相エピタキシャル膜の格子定数を室温で基板の格子定数と一致するように育成することにより割れを防ぐようにしている。また、特開平6-92796号公報（以下、文献2という）に開示されている方法では、液相エピタキシャル膜の格子定数を膜-基板界面より膜の成長方向に徐々に増加させて割れを防ぐようにしている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

液相エピタキシャル法により得られるBi置換磁性ガーネット単結晶膜は、Ca、Mg、Zrを添加したガドリニウム・ガリウム・ガーネット（ $Gd_3Ga_5O_{12}$ ）系単結晶基板（以下、CaMgZr置換GGG単結晶基板という）と熱膨張係数が異なることが原因で、700～1000℃の温度範囲での育成中や育成終了後の冷却中、あるいはファラデー回転子に加工する際の研磨中に割れが発生し易い。

【0004】

Bi置換磁性ガーネット単結晶膜は育成した後、室温で研磨加工してファラデー回転子とするが、加工時の割れを防ぐため基板と単結晶膜の界面近傍の格子定数はほぼ一致させる必要がある。ところがBi置換磁性ガーネット膜は基板より熱膨張係数が20～30%程度大きいため、室温で基板-膜界面近傍の格子定数を一致させると700～1000℃の育成温度では単結晶膜の格子定数が基板の格子定数より大きくなってしまう。そのため基板および単結晶膜は育成中において膜側が凸型となる反りが発生する。

【0005】

文献1で開示されているように、室温で膜と基板の格子定数が一致し、全体の格子定数が一定の値を持つ単結晶膜を基板上に成長させた場合、この凸状の反り

は単結晶膜厚が厚くなると共に大きくなり、単結晶膜厚が基板厚の概ね半分の厚さになったところで最大の反りを持つ。さらに成長して膜厚が基板厚の概ね半分以上を越えると凸状の反りはそれ以上大きくなりませんが、膜表面に同心円状の割れが発生する。そのためファラデー回転子を作製する歩留まりが低下してしまう。

【 0 0 0 6 】

そこで、ファラデー回転子の作製に必要な膜厚（ファラデー回転子厚さ＋研磨厚さ）の約 2 倍以上の厚さを有する結晶基板を使用して単結晶膜を成長させると、同心円状の割れを防ぐことができる。しかし、単結晶膜の育成条件や基板格子定数のばらつきにより発生する基板－膜界面のわずかな格子定数のずれが原因で、結晶基板が厚くなると育成中や育成終了後の冷却時に基板－膜界面で割れが発生し易く、ファラデー同転子作製の歩留まり低下の原因となる。

【 0 0 0 7 】

従って、文献 1 で提案されているように室温で結晶基板と単結晶膜の格子定数が一致しさらに膜全体の格子定数が一定となるような方法でエピタキシャル膜の育成を試みると、基板厚を薄くすると同心円割れが発生し、基板厚を厚くすると基板－膜界面で割れが発生する。その結果、ファラデー回転子作製の歩留まり低下の問題を避けることができない。

【 0 0 0 8 】

また、文献 2 には単結晶膜の成長膜厚が厚くなると共に格子定数を除々に大きくして、膜表面に発生する同心円状の割れを抑制することが記載されている。室温で基板－膜界面での格子定数を一致させると育成温度において結晶基板と単結晶膜は凸形状となる。そこで単結晶膜の膜厚が厚くなるのに合わせて単結晶の格子定数を大きくしてやり、育成中に発生する反りに合わせて凸状の単結晶膜を育成する。

【 0 0 0 9 】

こうすると、文献 1 に記載された方法で薄い基板を用いた単結晶膜の育成の際に問題となる同心円割れを除くことができる。また、文献 2 の方法で薄い基板を用いて育成すると、厚い基板を用いて育成する際に問題となる基板－膜界面で発生する割れは起きない。従って、文献 2 の方法は文献 1 の方法に比べ、単結晶膜

の育成および冷却の工程で割れの除去に対して有効である。

【0010】

しかし、このような操作により割れを抑制すると単結晶膜は凸型の形状となり、室温に冷却後も凸型の反りを持った状態に保たれる。結晶基板の形状は平滑な円板であるため、結晶基板上に凸型の磁性ガーネット単結晶膜がエピタキシャル成長すると、基板と膜の間に応力を内在させながら室温では若干の凸型の形状となる。このため単結晶膜の研磨加工を行う際、内在する応力が原因で割れが発生する。その結果、ファラデー回転子を作製する歩留まりが低下してしまう。

【0011】

本発明の目的は、膜育成中や冷却中あるいは研磨加工中に割れを生じ難い磁性ガーネット単結晶膜及びその製造方法を提供することにある。

また、本発明の目的は、膜育成中や冷却中あるいは研磨加工中に割れを生じ難い磁性ガーネット単結晶膜を用いて高い歩留まりで作製できるファラデー回転子を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】

上記目的は、膜成長方向に向かって格子定数が一定、または徐々に減少し、次いで増加するように成膜されていることを特徴とする磁性ガーネット単結晶膜によって達成される。

【0013】

また、上記目的は、Bi置換磁性ガーネット単結晶を液相エピタキシャル成長法を用いて育成する磁性ガーネット単結晶膜の製造方法であって、単結晶膜の成長と共に前記磁性ガーネット単結晶の格子定数を一定、または徐々に減少させ、次いで前記単結晶膜の成長と共に前記格子定数を増加させることを特徴とする磁性ガーネット単結晶膜の製造方法によって達成される。

【0014】

さらに、上記目的は、液相エピタキシャル成長法により育成した磁性ガーネット単結晶膜で作製されるファラデー回転子であって、前記磁性ガーネット単結晶膜の光入射面の格子定数Aと、光射出表面の格子定数Bと、前記光入射面及び前

記光射出面からほぼ等距離にある前記磁性ガーネット単結晶膜の格子定数 C との間に、 $(A+B)/2 > C$ の関係が成立することを特徴とするファラデー回転子によって達成される。

【 0 0 1 5 】

このように本発明は、液相エピタキシャル法により Bi 置換希土類鉄ガーネット単結晶膜を育成する際、エピタキシャル成長の初期から一定の膜厚まで膜の格子定数を一定に維持するか、あるいは徐々に減少させるようにして成膜する。そしてさらに膜厚が厚くなると、膜厚に応じて膜の格子定数を増加させるようにする。従って、単結晶膜育成中、冷却時および研磨加工工程で割れを防ぐことができ、ファラデー回転子を作製する歩留まりを高くすることができる。

【 0 0 1 6 】

【発明の実施の形態】

本発明の一実施の形態による磁性ガーネット単結晶膜及びその製造方法、及びそれを用いたファラデー回転子について図1乃至図5を用いて説明する。

本願発明者達は、磁性ガーネット単結晶膜の育成中、冷却中および研磨加工時における割れを防ぐことを目的として膜成長方向の格子定数制御を検討した。その結果、単結晶膜の成長初期から途中まで膜の格子定数を一定、または徐々に減少させ、その後に膜成長と共に膜の格子定数を増加させて育成することが育成中、冷却中および研磨加工時の割れの抑制に対して大きな効果があることを見出した。

【 0 0 1 7 】

すなわち、厚さ t の $CaMgZr$ 置換 GGG 単結晶基板上に Bi 置換希土類鉄ガーネット単結晶を育成させる際、育成開始から膜厚約 $t/2$ までの範囲で単結晶膜の格子定数が室温で基板格子定数と同じになるか、または徐々に減少するように成長させる。その後、膜厚約 $t/2$ 以上での膜育成においては膜成長と共に膜の格子定数を増加させるようにする。こうすることにより、育成中の膜表面に発生する同心円状の割れの発生を抑制し、また育成終了後の冷却時および研磨加工時の割れを抑制することができる。

【 0 0 1 8 】

室温で基板－膜界面で格子定数が一致するように基板にBi置換希土類鉄ガーネット単結晶膜をエピタキシャル成長させると、膜の熱膨張係数は基板より大きいため育成中は膜の格子定数が基板より大きくなる。単結晶膜全体の格子定数が一定となるような単結晶膜を成長させると膜厚が基板厚の半分に達するまでは膜と基板は膜側に凸状に変形しながら膜表面には圧縮応力が加わる。

【 0 0 1 9 】

膜厚が基板厚の半分以上を超えてさらに膜厚が厚くなると成長中の膜表面に今度は引っ張り応力が加わり、単結晶膜が厚くなる程その引っ張り応力は大きくなる。膜の育成中に膜表面に引っ張り応力が加わると膜を構成する原子間の結合が切断されることになり、応力の分布が現れる形で膜表面に同心円状の割れが発生する。

【 0 0 2 0 】

育成中に膜の格子定数を増加させる操作は、膜厚が基板厚の約半分以上を超えたあたりで発生する引っ張り応力を抑制するのに有効であるが、膜厚が基板厚の半分以上より薄い場合は圧縮応力が加わっているため格子定数を一定、または徐々に減少させても同心円割れの発生はない。そこで膜厚が基板厚の約半分以上より薄い場合には膜の格子定数を一定、または徐々に減少させ、膜厚が基板厚の約半分以上より厚くなると格子定数を増加させることにより、膜育成中の同心円割れ発生を抑制できる。また、膜育成中の格子定数を増加させる条件に比べ、室温で単結晶膜と結晶基板とが膜側に凸状になる程度が少ないため、育成終了後の冷却中や研磨加工時の割れを抑制することができる。

【 0 0 2 1 】

以上説明した方法によれば、同心円状の割れを発生させずに基板厚の半分以上の厚さの単結晶膜を育成することができるため、育成に使用する結晶基板の厚さを薄くすることが可能である。基板厚が厚くなると基板と膜の変形が抑制されるため、育成条件のばらつきに起因する室温での基板と膜の格子定数の微少なずれによる応力が内在されるため、基板と膜の界面で割れが発生する。基板厚が薄くなると基板－膜界面の格子定数ずれによる応力は基板と膜が変形することにより緩和され、基板－膜界面で割れが発生しなくなる。

【 0 0 2 2 】

従って、より薄い基板を用い、エピタキシャル成長の初期から同心円割れの発生しない膜厚まで膜の格子定数を一定、もしくは徐々に減少させて単結晶膜を育成し、さらに単結晶膜が厚くなると共に格子定数を増加させることにより、育成中、冷却中および研磨加工時の割れを抑制でき、飛躍的に高い歩留まりでファラデー回転子が得られる。

【0023】

以上説明したように、膜成長方向に向かって格子定数が一定、または徐々に減少し、次いで増加するように成膜されている磁性ガーネット単結晶膜からファラデー回転子を作製する。当該磁性ガーネット単結晶膜において格子定数が増加する領域がファラデー回転子に含まれると、ファラデー回転子の光入射表面および光射出表面の格子定数の平均値は両表面と等距離にある当該磁性ガーネット単結晶膜内部の格子定数より大きな値を示す。すなわち、磁性ガーネット単結晶の光入射面の格子定数Aと、光射出表面の格子定数Bと、前記光入射面及び前記光射出面からほぼ等距離にある前記磁性ガーネット単結晶の格子定数Cとの間に、 $(A+B)/2 > C$ の関係が成立する。

【0024】

以下、本実施形態に係る磁性ガーネット単結晶膜及びその製造方法、及びそれを用いたファラデー回転子の具体的実施例として、実施例1及び実施例2、及び比較例1乃至3について図1乃至図5を参照しつつ説明する。

【0025】

【実施例】

〔実施例1〕

Yb₂O₃を6.747g、Gd₂O₃を6.624g、B₂O₃を43.214g、Fe₂O₃を144.84g、PbOを1189.6g、Bi₂O₃を826.4g、GeO₂を2.360g秤量してPtるつぽに充填し、約1000℃で融解して攪拌を行い均質化した後、120℃/Hで降温させ820℃の過飽和状態で温度の安定を取った。そして、2インチφ（厚さ500μm）のCaMgZr置換GGG単結晶基板を100r.p.m.で回転させ、0.30℃/Hの速度で降温させながら15時間、基板の片面に磁性ガーネット単結晶膜をエピタキシャ

ル成長させた。次に、0. 8 0℃/Hで降温させながら2 0時間、単結晶膜を成長させた。

【0 0 2 6】

その結果、膜厚5 2 5 μ mの単結晶膜が得られた。この磁性ガーネット単結晶膜の表面は鏡面状態であり、膜表面に割れは認められなかった。蛍光X線法により基板-膜界面付近の単結晶膜の組成を分析すると $\text{Bi}_{1.12}\text{Gd}_{1.15}\text{Yb}_{0.69}\text{Pb}_{0.04}\text{Fe}_{4.96}\text{Pt}_{0.01}\text{Ge}_{0.03}\text{O}_{12}$ であった。

【0 0 2 7】

また、この磁性ガーネット単結晶膜を波長1. 5 5 μ mの光でファラデー回転角が4 5 d e gとなるように研磨加工し、両面に無反射膜を付けて波長1. 5 5 μ m用ファラデー回転子を作製した。このファラデー回転子を3 m m角に切断してファラデー回転能、挿入損失、温度特性および消光比を評価すると、膜厚は4 0 0 μ mでファラデー回転係数は0. 1 1 3 d e g/ μ m、挿入損失は最大0. 0 5 d Bで最小0. 0 1 d B、温度特性は0. 0 6 7 d e g/℃、消光比は最大4 5. 1 d Bで最小4 2. 0 d Bの値が得られた。

【0 0 2 8】

そして、この単結晶膜を膜表面側から研磨とX線回折（ボンド法）による格子定数測定を繰り返し、単結晶膜の格子定数と成長方向の膜厚の関係を評価した（図1参照）。なお、格子定数は（8 8 8）面の回折線より求めた。その結果、図1に示すように、基板の格子定数1 2. 4 9 5 Åに対して単結晶膜の格子定数は厚さ2 5 0 μ mまでは1 2. 4 9 5 Åの値となった後、膜厚が厚くなると共に格子定数は増加し、膜厚5 0 0 μ mで格子定数は1 2. 5 0 3 Åとなった。

これらの工程でファラデー回転子を作製した場合、約8 5 %の歩留まりが得られた。

【0 0 2 9】

〔実施例2〕

Tb₂O₃を1 4. 1 1 0 g、B₂O₃を4 6. 4 5 g、Fe₂O₃を1 4 8. 8 2 g、PbOを1 0 5 4. 4 g、Bi₂O₃を9 6 5. 8 g、GeO₂を2. 5 2 2 g秤量してPtるつぽに充填し、約1 0 0 0℃で融解して攪拌を行い均質化した

後、 $120^{\circ}\text{C}/\text{H}$ で降温させ 833°C の過飽和状態で温度の安定を取った。そして、2インチ ϕ （厚さ $550\mu\text{m}$ ）のCaMgZr置換GGG単結晶基板を 100r.p.m. で回転させ、 $0.25^{\circ}\text{C}/\text{H}$ の速度で降温させながら15時間、基板の片面に磁性ガーネット単結晶膜をエピタキシャル成長させた。次に、 $0.85^{\circ}\text{C}/\text{H}$ で降温させながら27時間、単結晶膜を成長させた。

【0030】

その結果、膜厚 $620\mu\text{m}$ の単結晶膜が得られた。この磁性ガーネット単結晶膜の表面は鏡面状態であり、膜表面に割れは認められなかった。蛍光X線法により基板-膜界面付近の単結晶膜の組成を分析すると $\text{Bi}_{0.80}\text{Tb}_{2.16}\text{Pb}_{0.04}\text{Fe}_{4.96}\text{Pt}_{0.01}\text{Ge}_{0.03}\text{O}_{12}$ であった。

【0031】

また、この磁性ガーネット単結晶膜を波長 $1.55\mu\text{m}$ の光でファラデー回転角が 45deg となるように研磨加工し、両面に無反射膜を付けて波長 $1.55\mu\text{m}$ 用ファラデー回転子を作製した。このファラデー回転子を 3mm 角に切断してファラデー回転能、挿入損失、温度特性および消光比を評価すると、膜厚は $505\mu\text{m}$ でファラデー回転係数は $0.089\text{deg}/\mu\text{m}$ 、挿入損失は最大 0.10dB で最小 0.08dB 、温度特性は $0.040\text{deg}/^{\circ}\text{C}$ 、消光比は最大 46.1dB で最小 42.3dB の値が得られた。

【0032】

そして、この単結晶膜を膜表面側から研磨とX線回析（ボンド法）による格子定数測定を繰り返し、単結晶膜の格子定数と成長方向の膜厚の関係を評価した（図2参照）。なお、格子定数は（888）面の回折線より求めた。その結果、図2に示すように、基板の格子定数 12.495\AA に対して、単結晶膜の格子定数は膜厚 $10\mu\text{m}$ の格子定数 12.495\AA から膜厚 $310\mu\text{m}$ の格子定数 12.492\AA まで、膜厚が増加すると共に徐々に減少した後、膜厚が厚くなると共に格子定数は増加し、膜厚 $600\mu\text{m}$ で格子定数は 12.502\AA となった。

これらの工程でファラデー回転子を作製した場合、約80%の歩留まりが得られた。

【0033】

〔比較例 1〕

Yb₂O₃を6.747 g、Gd₂O₃を6.624 g、B₂O₃を43.214 g、Fe₂O₃を144.84 g、PbOを1189.6 g、Bi₂O₃を826.4 g、GeO₂を2.360 g 秤量してPt るつぽに充填し、約1000℃で融解して攪拌を行い均質化した後、120℃/Hで降温させ820℃の過飽和状態で温度の安定を取った。そして、2インチφ（厚さ500 μm）のCaMgZr置換GGG単結晶基板を100 r. p. m. で回転させ、0.30℃/Hの速度で降温させながら35時間、基板の片面に磁性ガーネット単結晶膜をエピタキシャル成長させた。

【0034】

その結果、膜厚505 μmの単結晶膜が得られた。この磁性ガーネット単結晶膜の表面には全面に同心円状の割れが発生し、基板外周部は割れのため離脱している部分も認められた。蛍光X線法により基板-膜界面付近の単結晶膜の組成を分析するとBi_{1.12}Gd_{1.15}Yb_{0.69}Pb_{0.04}Fe_{4.96}Pt_{0.01}Ge_{0.03}O₁₂であった。

【0035】

また、この磁性ガーネット単結晶膜をファラデー回転子への加工を試みたが割れのため回転子は得られなかった。そして、この単結晶膜を膜表面側から研磨とX線回折（ボンド法）による格子定数測定を繰り返し、単結晶膜の格子定数と成長方向の膜厚の関係を評価した（図3参照）。なお、格子定数は（888）面の回折線より求めた。その結果、図3に示すように、基板の格子定数12.495 Åに対して単結晶膜の格子定数は厚さ500 μmまで基板とほぼ同様な12.495 Åの値となった。これらの工程でファラデー回転子を作製した場合、0%の歩留まりであった。

【0036】

〔比較例 2〕

Yb₂O₃を6.747 g、Gd₂O₃を6.624 g、B₂O₃を43.214 g、Fe₂O₃を144.84 g、PbOを1189.6 g、Bi₂O₃を826.4 g、GeO₂を2.360 g 秤量してPt るつぽに充填し、約1000℃で融解

して攪拌を行い均質化した後、 $120^{\circ}\text{C}/\text{H}$ で降温させ 820°C の過飽和状態で温度の安定を取った。そして、2インチ ϕ （厚さ $1000\mu\text{m}$ ）のCaMgZr置換GGG単結晶基板を 100r. p. m. で回転させ、 $0.30^{\circ}\text{C}/\text{H}$ の速度で降温させながら35時間、基板の片面に磁性ガーネット単結晶膜をエピタキシャル成長させた。

【0037】

その結果、膜厚 $510\mu\text{m}$ の単結晶膜が得られた。この磁性ガーネット単結晶膜の表面には割れは認められなかったが、膜-基板界面で直線状の割れが多数発生した。蛍光X線法により基板-膜界面付近の単結晶膜の組成を分析すると $\text{Bi}_{1.12}\text{Gd}_{1.15}\text{Yb}_{0.69}\text{Pb}_{0.04}\text{Fe}_{4.96}\text{Pt}_{0.01}\text{Ge}_{0.03}\text{O}_{12}$ であった。

【0038】

また、この磁性ガーネット単結晶膜を波長 $1.55\mu\text{m}$ の光でファラデー回転角が 45deg となるように研磨加工し両面に無反射膜を付けて波長 $1.55\mu\text{m}$ 用ファラデー回転子を作製した。このファラデー回転子を 3mm 角に切断してファラデー回転能、挿入損失、温度特性および消光比を評価すると、膜厚は $400\mu\text{m}$ でファラデー回転係数は $0.113\text{deg}/\mu\text{m}$ 、挿入損失は最大 0.05dB で最小 0.01dB 、温度特性は $0.067\text{deg}/^{\circ}\text{C}$ 、消光比は最大 45.1dB で最小 42.0dB の値が得られた。

【0039】

そして、この単結晶膜を膜表面側から研磨とX線回折（ボンド法）による格子定数測定を繰り返し、単結晶膜の格子定数と成長方向の膜厚の関係を評価した（図4参照）。なお、格子定数は（888）面の回折線より求めた。その結果、図4に示すように、基板の格子定数 12.496\AA に対して単結晶膜の格子定数は厚さ $510\mu\text{m}$ まで 12.495\AA の値となった。これらの工程でファラデー回転子を作製した場合、約25%の歩留まりが得られた。

【0040】

〔比較例3〕

Yb_2O_3 を 6.747g 、 Gd_2O_3 を 6.624g 、 B_2O_3 を 43.214g 、 Fe_2O_3 を 144.84g 、 PbO を 1189.6g 、 Bi_2O_3 を 826.4

g、 GeO_2 を2.360g秤量してPtるつぽに充填し、約1000℃で融解して攪拌を行い均質化した後、120℃/Hで降温させ820℃の過飽和状態で温度の安定を取った。そして、2インチ ϕ （厚さ500 μm ）のCaMgZr置換GGG単結晶基板を100r.p.m.で回転させ、0.80℃/Hの速度で降温させながら33時間、基板の片面に磁性ガーネット単結晶膜をエピタキシャル成長させた。

【0041】

その結果、膜厚500 μm の単結晶膜が得られた。この磁性ガーネット単結晶膜の表面は鏡面状態であり、膜表面に割れは認められなかった。蛍光X線法により基板-膜界面付近の単結晶膜の組成を分析すると $\text{Bi}_{1.12}\text{Gd}_{1.15}\text{Yb}_{0.69}\text{Pb}_{0.04}\text{Fe}_{4.96}\text{Pt}_{0.01}\text{Ge}_{0.03}\text{O}_{12}$ であった。

【0042】

また、この磁性ガーネット単結晶膜を波長1.55 μm の光でファラデー回転角が45degとなるよう回転子に加工を試みたが、切断時に割れが発生した。加工後の割れた試料に無反射膜を付けて波長1.55 μm 用ファラデー回転子を作製した。このファラデー回転子を3mm角に切断してファラデー回転能、挿入損失、温度特性および消光比を評価すると、膜厚は400 μm でファラデー回転係数は0.113deg/ μm 、挿入損失は最大0.05dBで最小0.02dB、温度特性は0.067deg/℃、消光比は最大45.5dBで最小41.7dBの値が得られた。

【0043】

そして、この単結晶膜を膜表面側から研磨とX線回折（ボンド法）による格子定数測定を繰り返し、単結晶膜の格子定数と成長方向の膜厚の関係を評価した（図5参照）。なお、格子定数は（888）面の回折線より求めた。その結果、図5に示すように、基板の格子定数12.495Åに対して、単結晶膜の格子定数は膜厚10 μm の格子定数12.494Åから膜厚500 μm の格子定数12.510Åまで膜厚が増加すると共に格子定数は増加した。これらの工程でファラデー回転子を作製した場合、約35%の歩留まりが得られた。

【0044】

【発明の効果】

以上の通り、本発明によれば、液相エピタキシャル法によりBi置換希土類鉄ガーネット単結晶膜を育成する際、単結晶膜育成中、冷却時および研磨加工工程での割れを防ぐことができ、ファラデー回転子作製の歩留まりを高くすることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の一実施の形態による実施例 1 における単結晶膜格子定数と膜厚の関係を示す図である。

【図 2】

本発明の一実施の形態による実施例 2 における単結晶膜格子定数と膜厚の関係を示す図である。

【図 3】

本発明の一実施の形態による比較例 1 における単結晶膜格子定数と膜厚の関係を示す図である。

【図 4】

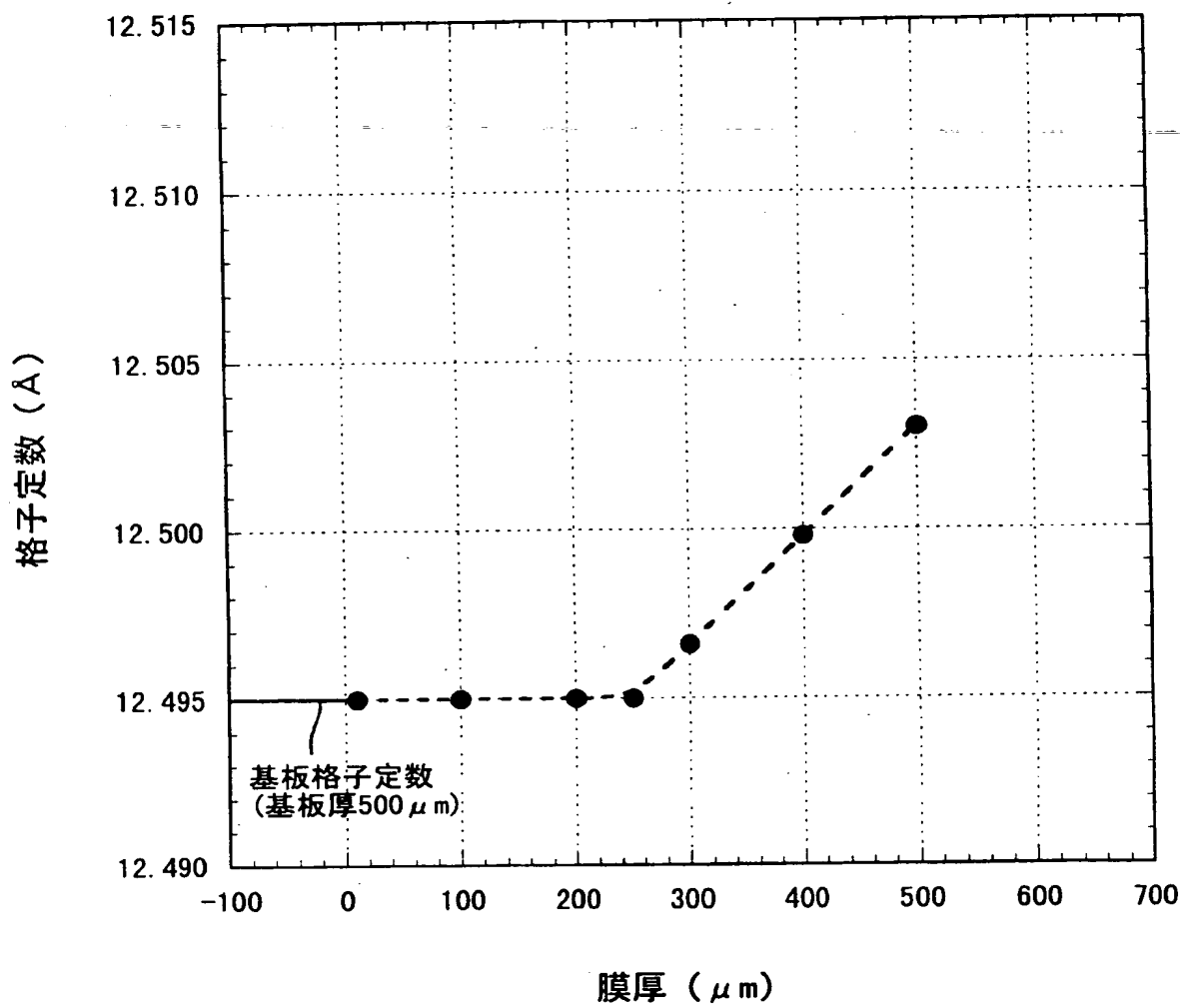
本発明の一実施の形態による比較例 2 における単結晶膜格子定数と膜厚の関係を示す図である。

【図 5】

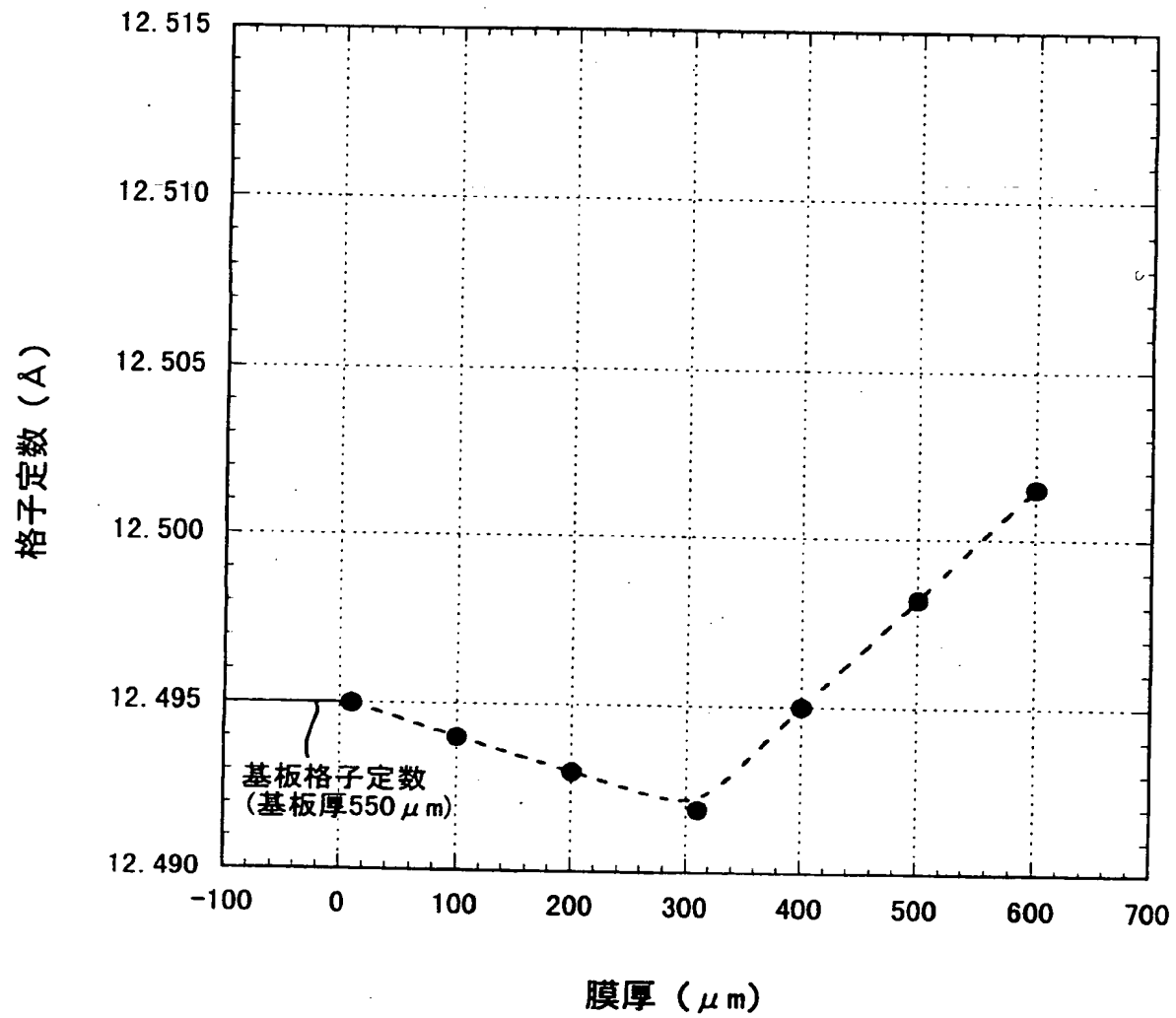
本発明の一実施の形態による比較例 3 における単結晶膜格子定数と膜厚の関係を示す図である。

【書類名】 図面

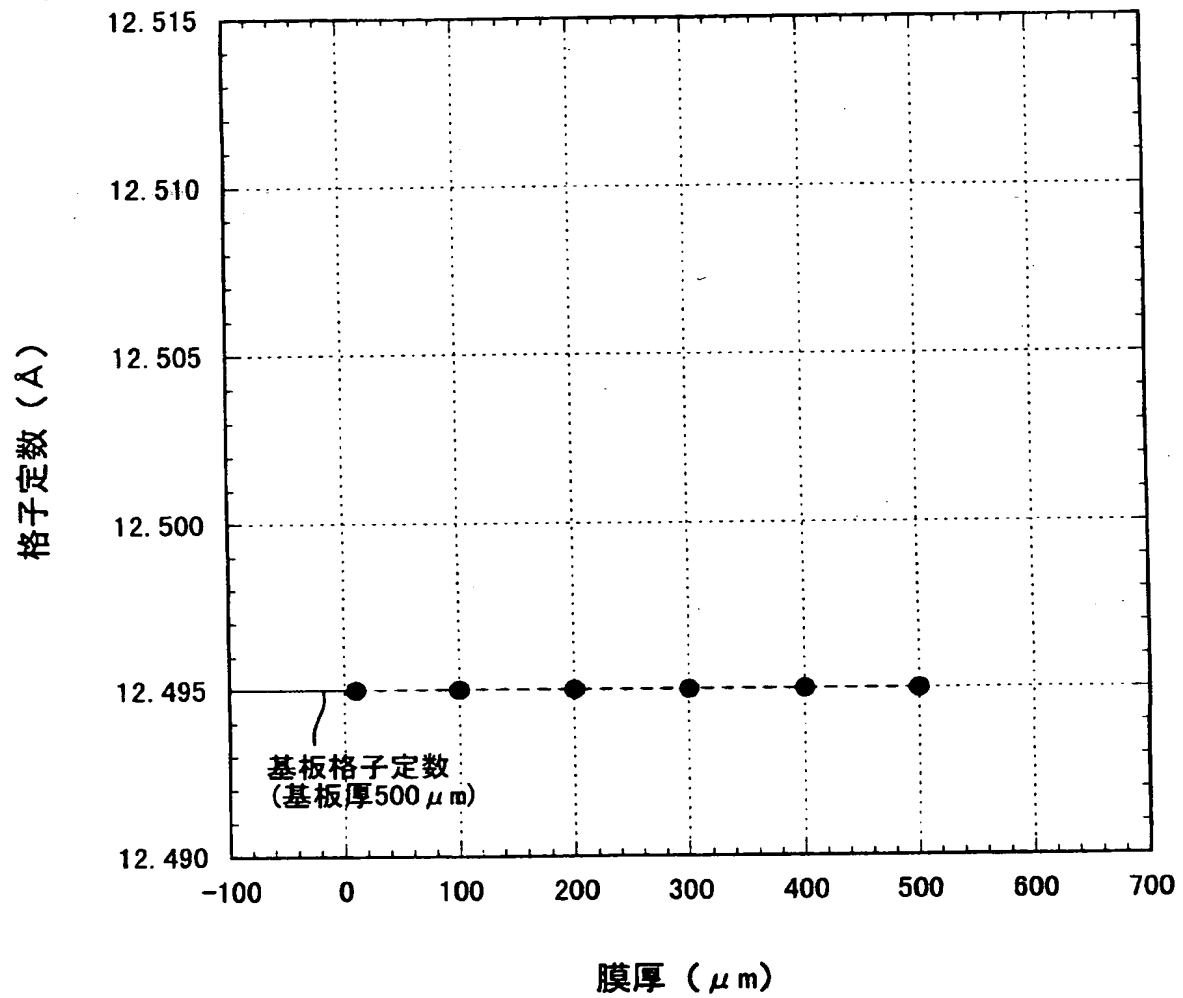
【図 1】



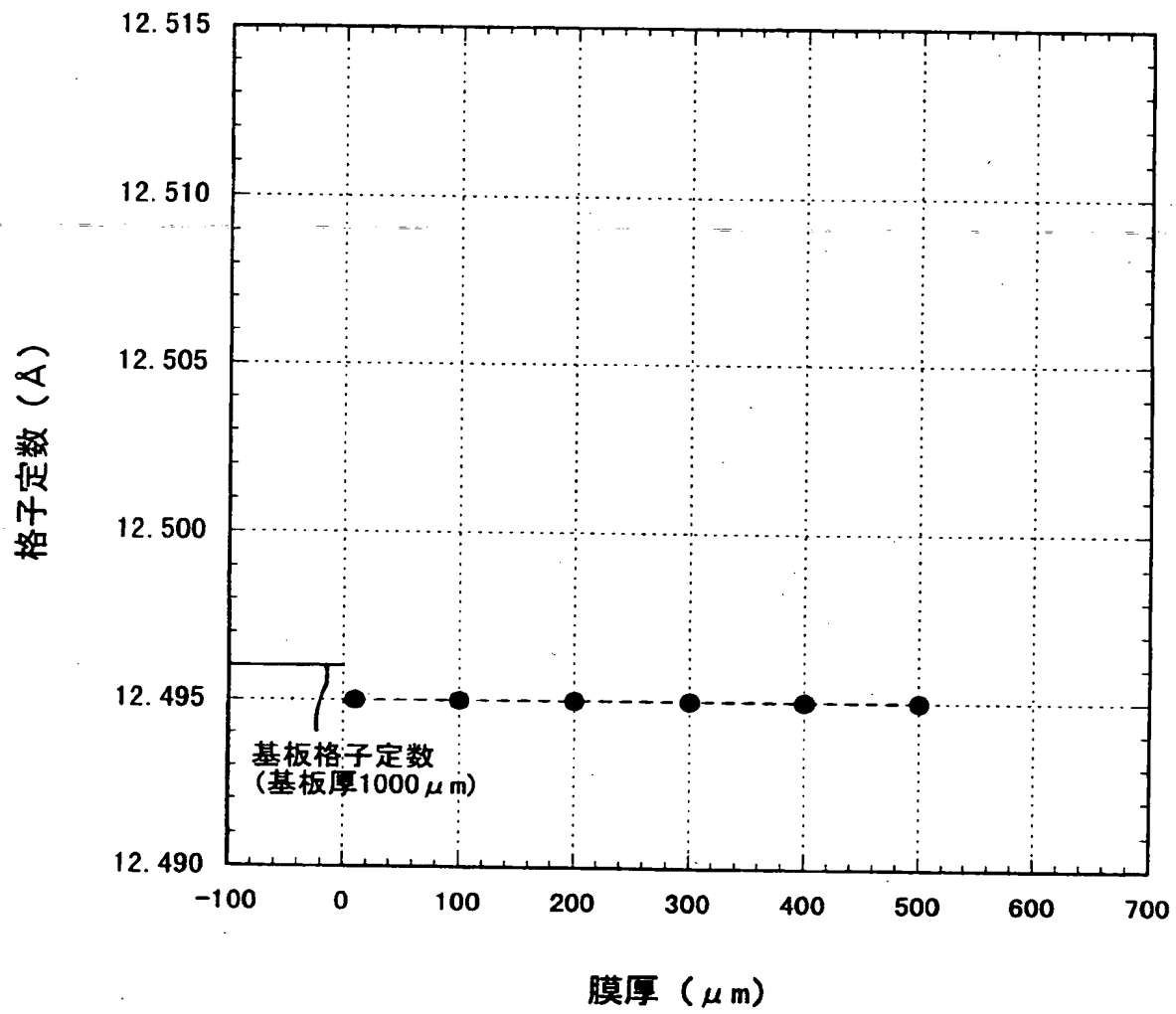
【図 2】



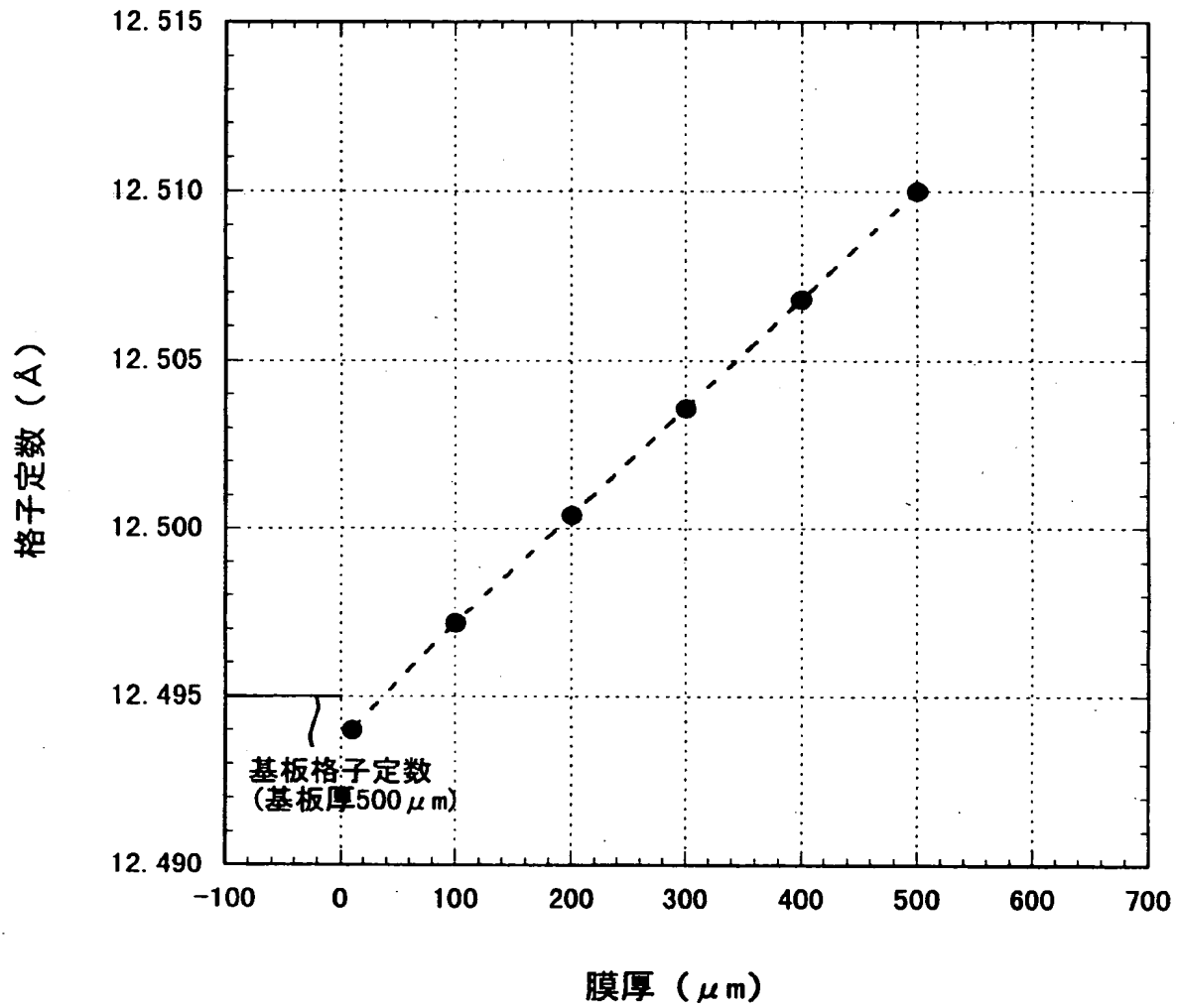
【図 3】



【図 4】



【図 5】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】本発明は、Bi置換希土類鉄ガーネット単結晶膜及びその製造方法、及びそれを用いたファラデー回転子に関し、膜育成中や冷却中あるいは研磨加工中に割れを生じ難い磁性ガーネット単結晶膜及びその製造方法を提供することにある。また、膜育成中や冷却中あるいは研磨加工中に割れを生じ難い磁性ガーネット単結晶膜を用いて高い歩留まりで作製できるファラデー回転子を提供することを目的とする。

【解決手段】Bi置換磁性ガーネット単結晶を液相エピタキシャル成長法を用いて育成する磁性ガーネット単結晶膜の製造方法において、単結晶膜の成長と共に磁性ガーネット単結晶の格子定数を一定、または徐々に減少させ、次いで単結晶膜の成長と共に格子定数を増加させて磁性ガーネット単結晶膜を成膜する。

【選択図】 図1

認 定 ・ 付 加 情 報

特許出願の番号	特願 2 0 0 0 - 0 8 1 0 4 4
受付番号	5 0 0 0 0 3 5 1 5 6 7
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 2 年 3 月 2 3 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】 平成12年 3月22日

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000003067]

1. 変更年月日	1990年 8月30日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都中央区日本橋1丁目13番1号
氏 名	ティーディーケイ株式会社